

16 JANVIER 2006. - Arrêté ministériel fixant le mode de préparation des échantillons et les critères pour les méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs maximales en composés aromatiques polycycliques dans certaines denrées alimentaires

Le Ministre de la Santé publique,

Vu l'arrêté royal du 22 février 2001 organisant les contrôles effectués par l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire et modifiant diverses dispositions légales, confirmé par la loi du 19 juillet 2001, notamment l'article 3, § 5;

Vu la Directive 2005/10/CE de la Commission du 4 février 2005 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en benzo(a)pyrène dans les denrées alimentaires;

Vu l'avis n° 39.209/3 du Conseil d'Etat, donné le 25 octobre 2005, en application de l'article 84, § 1^{er}, alinéa 1^{er}, 1°, des lois coordonnées sur le Conseil d'Etat,

Arrête :

Article unique . Lors de l'analyse en vue du contrôle officiel des teneurs maximales de benzo(a)pyrène, fixées dans le règlement (CE) n° 466/2001 de la Commission du 8 mars 2001 portant fixation des teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires, les dispositions en annexe au présent arrêté doivent être prises en considération.

Bruxelles, le 16 janvier 2006.

R. DEMOTTE .

Annexe

PREPARATION DES ECHANTILLONS ET CRITERES APPLICABLES AUX METHODES D'ANALYSE UTILISEES POUR LE CONTROLE OFFICIEL DES TENEURS EN BENZO(A)PYRENE DES DENREES ALIMENTAIRES

1. Précautions et généralités concernant le benzo(a)pyrène dans les échantillons de denrées alimentaires
Il s'agit essentiellement d'obtenir un échantillon de laboratoire représentatif et homogène sans y introduire de contamination secondaire.

L'analyste doit veiller à ce que les échantillons ne soient pas contaminés pendant la préparation de l'échantillon. Il y a lieu de rincer les récipients à l'acétone ou à l'hexane d'une grande pureté (p.A., qualité HPLC ou équivalente) avant de les utiliser, afin de limiter autant que possible le risque de contamination. Dans la mesure du possible, les appareils entrant en contact avec l'échantillon doivent être fabriqués en matériaux inertes, par exemple en aluminium, en verre ou en acier inoxydable poli. Il convient d'éviter les matières plastiques telles que le polypropylène, le PTFE, etc., car l'analyte peut être adsorbé sur ces matériaux.

La totalité de la matière prélevée reçue par le laboratoire doit être utilisée pour la préparation de la matière à tester. Seuls les échantillons bien homogénéisés permettent d'obtenir des résultats reproductibles.

De nombreuses procédures spécifiques de préparation des échantillons peuvent être utilisées de manière satisfaisante.

2. Traitement de l'échantillon reçu dans le laboratoire

L'échantillon global complet est broyé finement (s'il y a lieu) et soigneusement mélangé selon une méthode garantissant une homogénéisation complète.

3. Subdivision des échantillons destinés à la mise en oeuvre du contrôle et à des actions de défense
Des échantillons identiques destinés à la mise en oeuvre du contrôle, au recours et à l'arbitrage sont prélevés sur l'échantillon homogénéisé.

4. Méthode d'analyse à utiliser par le laboratoire et modalités de contrôle du laboratoire

4.1. Définitions

Un certain nombre des définitions les plus communément utilisées à appliquer par le laboratoire sont les suivantes:

r = répétabilité: valeur en dessous de laquelle on peut s'attendre à ce que la différence absolue entre les

résultats de deux tests individuels, obtenus dans des conditions de répétabilité (c'est-à-dire même échantillon, même opérateur, même appareillage, même laboratoire et court intervalle de temps), se situe dans une limite donnée de probabilité (en principe 95 %); d'où $r = 2, 8 \times s_r$.

s_r = écart-type, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de répétabilité.

RSD_r = écart-type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de répétabilité $[(s_r/X) \times 100]$.

R = reproductibilité: valeur en dessous de laquelle on peut s'attendre à ce que la différence absolue entre les résultats de tests individuels, obtenus dans des conditions de reproductibilité (c'est-à-dire pour un produit identique, obtenu par les opérateurs dans différents laboratoires utilisant la méthode de test normalisée), se situe dans une certaine limite de probabilité (en principe 95 %); $R = 2, 8 \times s_R$.

s_R = écart-type, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité.

RSD_R = écart-type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité $[(s_R/x) \times 100]$, où x représente la moyenne des résultats pour tous les laboratoires et échantillons.

$HORRAT_r$ = le RSD_r observé divisé par la valeur du RSD_r estimée à partir de l'équation de Horwitz (1) en postulant que $r = 0,66R$.

$HORRAT_R$ = la valeur observée du RSD_R divisée par la valeur du RSD_R calculée à partir de l'équation de Horwitz.

U = l'incertitude étendue, utilisant un coefficient de couverture 2 qui donne un niveau de confiance d'environ 95 %.

4.2. Exigences de portée générale

Les méthodes d'analyse utilisées pour le contrôle des denrées alimentaires doivent être conformes aux dispositions des points 1 et 2 de l'annexe de la directive 85/591/CEE du Conseil.

4.3. Exigences spécifiques

Pour autant qu'aucune méthode spécifique ne soit prescrite au niveau communautaire pour la détermination des teneurs en benzo(a)pyrène des denrées alimentaires, les laboratoires sont libres d'appliquer n'importe quelle méthode validée, à condition qu'elle réponde aux critères de performance qui figurent dans le tableau. L'idéal serait que la validation inclue un matériau de référence certifié.

TABLEAU : Critères de performance des méthodes d'analyse relatives au benzo(a)pyrène

Pour la consultation du tableau, voir image

4.3.1. Critères de performance - Approche de la fonction d'incertitude

Cependant, une approche fondée sur l'incertitude peut également être utilisée pour évaluer l'adéquation de la méthode d'analyse à appliquer par le laboratoire. Le laboratoire peut appliquer une méthode qui produira des résultats comportant une incertitude normalisée maximale. L'incertitude normalisée maximale peut être calculée au moyen de la formule suivante:

$$U_f = [(LOD/2)^2 + (0,2C)^2]^{1/2} \text{ où :}$$

U_f est l'incertitude normalisée maximale,

LOD est la limite de détection de la méthode,

C est la concentration présentant un intérêt.

Si une méthode d'analyse aboutit à des résultats présentant des mesures d'incertitude inférieures à l'incertitude normalisée maximale, la méthode sera aussi valable qu'une méthode satisfaisant aux critères de performance énoncés au tableau.

4.4. Calcul du taux de récupération et enregistrement des résultats

Le résultat d'analyse est enregistré sous forme corrigée ou non au titre de la récupération. Le mode d'enregistrement et le taux de récupération doivent être mentionnés. Le résultat d'analyse corrigé au titre de la récupération sert à vérifier le respect de la teneur maximale (voir point 5).

L'analyste tient dûment compte du rapport de la Commission européenne sur la relation entre les résultats d'analyse, la mesure de l'incertitude, les facteurs de récupération et les dispositions de la législation communautaire relative aux denrées alimentaires (2).

Le résultat d'analyse est consigné sous la forme $x \pm U$, où x représente le résultat d'analyse et U l'incertitude de mesure.

4.5. Normes de qualité applicables aux laboratoires

Les laboratoires doivent se conformer à la loi du 20 juillet 1990 concernant l'accréditation des organismes d'évaluation de la conformité et à ses arrêtés d'exécution.

4.6. Autres considérations relatives à l'analyse

Contrôle de l'aptitude

Participation à des programmes de contrôle de l'aptitude conformes à l'« International Harmonised

Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories » (3) élaboré sous l'égide de l'IUPAC/ISO/AOAC.

Contrôle interne de la qualité

Les laboratoires doivent pouvoir démontrer qu'ils appliquent des procédures de contrôle interne de la qualité. Il peut s'agir, par exemple, des « ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories » (4).

5. Conformité du lot ou sous-lot aux spécifications

Le laboratoire de contrôle procède à une double analyse de l'échantillon de laboratoire prélevé à des fins de mise en oeuvre du contrôle lorsque le résultat obtenu lors de la première analyse est de moins de 20 % inférieur ou supérieur à la teneur maximale et, en pareils cas, il calcule la moyenne des résultats.

Le lot est accepté si le résultat de la première analyse ou, lorsqu'une double analyse est nécessaire, la moyenne des résultats ne dépasse pas la teneur maximale applicable fixée par le règlement (CE) n° 466/2001 compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction pour récupération.

Le lot est considéré comme ne respectant pas la teneur maximale fixée par le règlement (CE) n° 466/2001 si le résultat de la première analyse ou, lorsqu'une double analyse est nécessaire, la moyenne des résultats dépasse sans conteste la teneur maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction pour récupération.

REFERENCES

1. Horwitz, W., « Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs », Anal. Chem., 1982, 54, 67A -76A.

2. Rapport de la Commission européenne sur la relation entre les résultats d'analyse, la mesure de l'incertitude, les facteurs de récupération et les dispositions de la législation communautaire relative aux denrées alimentaires, 2004.

(http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/index_euro_en.htm).

3. « ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories », édité par Thompson, M., et Wood, R., Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123 - 2144 (également publié dans J. AOAC International, 1993, 76, 926).

4. « ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories », édité par Thompson, M., et Wood, R., Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.

Vu pour être annexé à notre arrêté ministériel du 16 janvier 2006 fixant le mode de préparation des échantillons et les critères pour les méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs maximales en composés aromatiques polycycliques dans certaines denrées alimentaires.

R. DEMOTTE

Publié le : 2006-02-01